

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-270761

(43)Date of publication of application : 25.11.1987

(51)Int.Cl.

C23C 8/26

(21)Application number : 61-113980

(71)Applicant : ISHIKAWAJIMA HARIMA HEAVY IND
CO LTD

(22)Date of filing : 19.05.1986

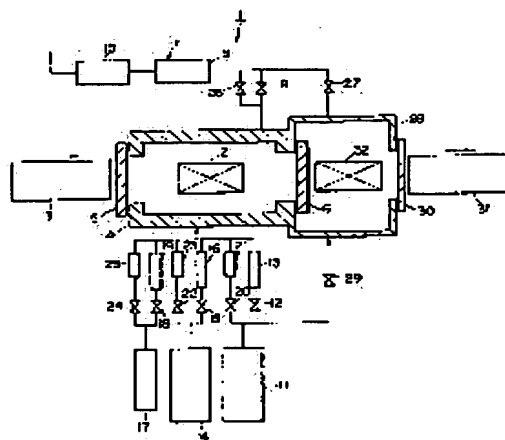
(72)Inventor : KOKUBU HARUO

(54) NITRIDING METHOD FOR STEEL

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily and thoroughly nitride the surface of a steel and to improve the hardness thereof by preheating the surface of the steel by vacuum heating, then nitriding the same at a high temp. in a nitriding gas atmosphere consisting of specifically composed ammonia, oxygen and nitrogen.

CONSTITUTION: A treat product 2 consisting of the steel is inserted into a heating chamber 4 of a nitriding furnace 1. The inside of the heating chamber 4 is then evacuated to a vacuum by a vacuum evacuation device 7 and the above-mentioned product 2 is preheated to about 200W450° C, by which the oil and moisture sticking to the surface are removed. The inside of the heating chamber 4 is thereafter evacuated to the vacuum of the nitrogen atmosphere and the temp. is maintained at about 500W600° C. The surface of the product 2 is thoroughly cleaned again. The ternary nitriding gas atmosphere consisting of 40W60vol% gaseous ammonia, 0.2W3% gaseous oxygen and the balance gaseous nitrogen is thereafter maintained in the heating chamber 4 and the nitriding is executed under about 760W1,500Torr pressure at about 500W600° C. The resulted nitrided product 31 is ejected through a cooling chamber 28.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection][Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

BEST AVAILABLE COPY

⑬ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-270761

⑤ Int.Cl.⁴
C 23 C 8/26

識別記号 庁内整理番号
6554-4K

⑬ 公開 昭和62年(1987)11月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 鋼の窒化方法

⑮ 特 願 昭61-113980

⑯ 出 願 昭61(1986)5月19日

⑰ 発 明 者 国 分 治 雄 東京都千代田区大手町2丁目2番1号 石川島播磨重工業株式会社内

⑱ 出 願 人 石川島播磨重工業株式 東京都千代田区大手町2丁目2番1号
会社

⑲ 代 理 人 弁理士 志賀 正武 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

鋼の窒化方法

2. 特許請求の範囲

高温でかつ窒化ガス雰囲気下の炉内で鋼の表面を予熱したのち、硬化せしめる鋼の窒化方法において、

上記予熱工程中に少なくとも1回以上の真空加熱を行ない、かつ上記の窒化ガスをアンモニアガスと酸素ガスと窒素ガスとからなる3成分系ガスとするとともに、上記窒化ガス中のアンモニアガスの含有率を40～80容重%の範囲とし、かつ上記窒化ガス中の酸素ガスの含有率を0.2～3容重%の範囲とすることを特徴とする鋼の窒化方法。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

この発明は、例えば歯車、軸、カム、ピン等の鋼製品の表面に優れた耐摩耗性、耐腐蝕性等の諸特性を付与し、かつ鋼製品の寿命向上を図ること

のできる鋼の窒化方法に関する。

「従来の技術」

従来より、鋼の窒化方法として、例えば鋼を炉内に装入したのち、この炉内を高温とするとともに、この炉内を窒化ガス雰囲気として鋼の表面に窒化処理を施す方法などがある。そして、上記の炉内に吹き込まれる窒化ガスには、例えば上記の炉とは別体の変成炉で発生せしめられるRXガスとアンモニアガスとからなる2成分系の混合ガスが用いられ、その組成は通常RXガスとアンモニアガスとがほぼ同量程度とされる。このRXガスは、変成炉内で炭化水素系のガスと空気とからなる混合ガスをNi等の触媒存在下で加熱分解して得られるものであって、このガスは、H₂ガス、COガス、N₂ガスが主成分で、さらにCO₂ガス、H₂Oなどが微量含まれている。

「発明が解決しようとする問題点」

ところが、このような鋼の窒化方法にあっては、ガス変成炉の制御精度上の誤差が避けられないため、窒化ガス中にRXガス由来のCO₂ガスやH₂O

〇が微量ながら含まれているので、炉内を最適な窒化ガス雰囲気とすることができず、鋼の表面に対する窒化処理を十分に行なうことができない問題があった。そのため、窒化処理された鋼の表面硬度を向上させることができず、さらに処理表面に形成される窒化の化合物層及び拡散層の膜厚が厚くなって鋼に対して高い耐摩耗性、耐腐蝕性などの表面強度特性を付与することができなかった。

「問題点を解決するための手段」

そこで、この発明の鋼の窒化方法は、窒化ガスをアンモニアガスと酸素ガスと窒素ガスとからなる3成分系ガスとするとともに、上記窒化ガス中のアンモニアガスの含有率を40～80容量%の範囲とし、かつ上記窒化ガス中の酸素ガスの含有率を0.2～3容量%の範囲とし、かつ予熱中に真空加熱処理を行なうようにしたことにより、上記の問題点を解消するようにした。

「実施例」

以下、図面を参照してこの発明を詳しく説明する。

気化洗浄を行なう。

ここで、上記の予熱温度は、処理品2の表面に付着する油や水分等を気化させるのに十分な温度とされ、通常200～450℃程度の範囲とされ、好ましくは約350℃程度とされる。そして、この加熱室4内部に対する予熱速度は、上記の真空引き操作の所要時間などにより決められるが、常温から所定温度が得られるまでの時間が40～150分間程度の範囲とされる。また、上記の真空引きによって得られる加熱室4内の真空度は、上記の予熱温度で気化した油や水分等を効率良く外部に排気できる程度とされ、通常1 Torr以下の範囲とされ、好ましくは 10^{-1} Torr以下の範囲とされる。そして、この真空引きの速度は、大気圧から上記の所定の真空度が得られるまでの時間が20～60分間程度となるような速さとされ、またこの真空度は40～180分間程度の間、維持される。また、加熱室4内にアンモニアガスが残留している場合、このアンモニアガスは上記の真空ポンプ8を介してアンモニアガス除去装置10に送られ中和処理された

第1図は、この発明の鋼の窒化方法を実施する上で好適に用いられる窒化炉1を示すものである。また、第2図は、この発明の第1実施例の工程図を示すもの(図において実線で示す。)であって、この方法による各工程における加熱室および冷却室内の温度、圧力および雰囲気などを示したものである。

【工程1】

第1図において、鋼からなる処理品2は、挿入テーブル3により加熱室4内に挿入され、加熱室4の中央部分に保持される。次いで、挿入ドア5および中間ドア6を閉じて加熱室4を密閉状態とする。

【工程2】

次に、加熱室4に設けられた図示しないヒータにより第2図に示すように加熱室4内を予熱すると同時に、真空排気装置7の真空ポンプ8により加熱室用主電磁弁9を介して上記加熱室4の内部を真空引きし、加熱室4内の空気を外部に排出して加熱室4内部および処理品2に対する真空加熱

のち、排出される。

【工程3】

次いで、工程2での加熱室4内に対する真空引き操作を停止するとともに、加熱室4の内部に窒素ガスポンプ11から主電磁弁12および大流量計13を介して窒素ガスを供給して加熱室4内の真空度を大気圧程度に戻す。

【工程4】

工程3における窒素ガス供給中においても、工程2におけるヒータによる加熱室4に対する加熱操作を継続して加熱室4内を高温でかつ窒素ガス雰囲気下とする。

ここで、加熱室4内は、後工程の窒化処理に適した温度である500～600℃程度の範囲まで、望ましくは経済効率などを考慮して約520℃程度まで昇温される。また、加熱室4内に供給された窒素ガスおよび熱は、加熱室4に設けられた図示しないガス循環ファンの作動により加熱室4内部にくまなく循環せしめられる。

【工程5】

次に、真空ポンプ8により加熱室用主電磁弁9を介して上記加熱室4の内部を真空引きして、前述の工程2で行なった約350℃程度における真空加熱気化洗浄で除去できない汚れに対して再洗浄を行なう。この洗浄によって処理品2は、その表面から汚れが完全に除去されその表面が窒化に適するように活性化されるとともに、加熱室4の内壁の汚れも除去される。このときの加熱室4内の温度は、処理品2の材質、形状および処理品2の許容熱変形量などを考慮して決められ、通常、前工程3と同様に500～800℃程度の範囲とされ、望ましくは約520℃程度とされる。また、加熱室4内の真空度は、約 10^{-3} Torr以下とされ、好ましくは 10^{-4} Torr以下とされる。そして、この再洗浄に要する時間、すなわち真空引き開始から真空引き停止までの時間は、通常60～90分間程度の範囲とされる。

【工程6】

次いで、前工程4における真空引きを停止したのち、窒素ガスを窒素ガスポンベ11から主電磁弁

である場合、酸素ガスの含有率は0.2～1容量%程度の範囲とされ、低合金鋼である場合、0.5～2容量%程度の範囲とされ、さらにステンレス鋼である場合、1.5～3容量%程度の範囲とされる。

そして、この処理品2に対する窒化処理中においては、上記の窒素ガスポンベ11から副電磁弁20および小流量計21を介して、アンモニアガスポンベ14から副電磁弁22および小流量計23を介して、酸素ガスポンベ17から副電磁弁24および小流量計25を介して各ガスを上記の混合割合で混合し、この混合ガスを上記の加熱室4内の窒化ガス雰囲気中に適宜供給する。このとき供給される窒化ガスの総流量は、処理品2の材質、量、形状および処理品2の加熱室4内での保持方法などに応じて適宜決められるが、通常、1時間当たり加熱室4の内容積の1～2倍程度の範囲とされる。そして、この窒化ガスを加熱室4内に供給する際には、加熱室4内の窒化ガス雰囲気気を急激に乱さないように、窒化ガスの供給量が常に一定となるようにする。また、加熱室4内の圧力は、上記の副電磁弁

12および大流量計13を介して、アンモニアガスをアンモニアガスポンベ14から主電磁弁15および大流量計16を介して、酸素ガスを酸素ガスポンベ17から主電磁弁18および大流量計19を介してそれぞれ混合し、この混合ガスを窒化ガスとして上記の加熱室4内に供給して処理品2に対して窒化処理を施す。

ここで、この窒化ガスは、窒素ガスとアンモニアガスと酸素ガスとからなる3成分系ガスである。そして、この窒素ガス中のアンモニアガスの含有率は、窒化ガスの窒化能力などを考慮して決められ、通常40～80容量%程度の範囲とされる。40容量%未満では、上記の窒化ガスの窒化能力が低下し、また80容量%を越えると、得られる窒化能力が頭打ちとなり、不経済となる不都合が生じる。また、上記の窒化ガス中の酸素ガスの含有率は、要求される酸素ガスによる上記アンモニアガスの分解促進性、処理品2の材質および用途などを考慮して決められるが、通常0.2～3容量%程度の範囲とされる。そして、処理品2が例えば炭素鋼

20,22,24、小流量計21,23,25などの小流量ラインまたは真空ポンプ8の副電磁弁26により適宜調整され、通常、大気圧の760Torr以上、約1500Torr未満の範囲とされる。なお、排気中の残留アンモニアガスは、アンモニアガス除去装置10を介して排出される。そして、この窒化処理に要する時間は、処理品2の材質、量、形状および処理品2に要求される表面強度などに応じて適宜決められるが、通常、120～360分間程度の範囲とされるが、これに限定されるものではない。また、このときの加熱室4内の温度は、前工程4と同様に500～800℃程度の範囲とされ、望ましくは約520℃程度とされる。

【工程7】

次に、真空ポンプ8により加熱室用主電磁弁9を介して上記の加熱室4内を真空引きして、加熱室4内の窒化ガスをアンモニアガス除去装置10を介して外部に排気する。この排気後の加熱室4内の真空度は、窒化ガスの完全排気などを考慮して決められ、通常、 10^{-1} Torr以下とされる。一方、

真空ポンプ8により冷却室用電磁弁27を介して冷却室28内を真空引きして、冷却室28内の空気を外部に排気するとともに、窒素ガスボンベ11から冷却室用電磁弁29を介して窒素ガスを供給して冷却室28内を窒素ガス雰囲気としておく。このときの窒素ガスの冷却室28内への供給量は、冷却室28内の圧力がほぼ大気圧にまで昇圧される程度とされる。

【工程8】

次に、真空にされた加熱室4内に窒素ガスボンベ11から主電磁弁12および大流量計13を介して窒素ガスを供給して加熱室4内を窒素ガス雰囲気とする。このときの窒素ガスの加熱室4内への供給量は、加熱室4内の圧力がほぼ大気圧にまで昇圧される程度とされる。

次いで、前工程5で窒化処理された処理品2は加熱室4から中間ドア6を介して冷却室28内に移送される。次に、この冷却室28内において処理品2は、図示しない冷媒循環装置により急速に常温まで冷却されるとともに、窒素ガス雰囲気下に置

空加熱気化洗浄、工程3で高温で真空加熱気化洗浄をそれぞれ加熱室4内で施したので、この加熱室4の他に別体の洗浄機を設ける必要がないことから、洗浄にかかる手間を省け、かつ建設コストを低減することができるとともに、従来行っていた有害なトリクレンやアルカリ液などの液剤による洗浄も必要がないことから、著しく安全性を高めることができる。

〔4〕各工程において、加熱室4内に設けたガス循環ファンにより、加熱室4内の窒素ガス、窒化ガスあるいは熱を加熱室4内にくまなく循環せしめることができるので、加熱室4の内部全体を均一温度とすることができるとともに、処理品2全体に窒素ガスを万遍なく行き渡らせることができ、よって後工程で行なわれる窒化処理工程で窒化ムラを防止することができる。

〔5〕窒化ガスを窒素ガスとアンモニアガスと酸素ガスとからなる3成分系の混合ガスとしたので、この窒化ガスにより処理品2の表面に対して優れた耐摩耗性、耐擦傷性などの表面強度特性を付与

かれる。

【工程9】

このようにして窒化処理された処理品2は、冷却室28の抽出ドア30から抽出テーブル31により外部に抽出され、目的の窒化処理品32が得られる。

このような方法によれば、次のような優れた実施例効果を得ることができる。

〔1〕工程2で処理品2に対して真空加熱気化洗浄を施したので、窒化処理工程前に処理品2の表面に付着していた油分や水分などの汚れを気化せしめて除去でき、よって処理品2を清浄状態とすることができる。

〔2〕工程5で処理品2に対して500～800℃程度の高温で真空加熱気化洗浄を施したので、工程2で処理品2の表面から除去し切れなかった汚れを気化せしめるとともに、この気化した汚れを工程3で加熱室4内に供給された窒素ガスと共に外部に除去でき、よって処理品2をさらに確実に清浄状態とすることができる。

〔3〕窒化処理前の処理品2に対して工程2で真空加熱気化洗浄を施すことができる。よって、窒化ガスに從來使用していたRXガスを混合する必要がないので、RXガスを発生せしめる変成炉を不要とすることができ、変成炉にかかる建設コストの低減を図ることができる。

上記の実施例では、工程2で真空加熱気化洗浄を施す際に昇温および真空引きをそれぞれ一段階としたが、処理品2の表面に付着する汚れが除去し難い場合、第2図において破線AおよびBに示すように、上記の真空加熱気化洗浄における昇温および真空引きを二段階以上とすることができる。この場合、第一段階では、加熱室4内の温度を200～300℃程度、好ましくは約250℃程度とし、かつ真空度を約 10^{-1} Torr以下として真空加熱気化洗浄を行なう。次いで、加熱室4内に窒素ガスを供給してほぼ加熱室4内を大気圧程度の圧力に戻して約1時間程度、温度および圧力を上記の状態に保持する。次いで、第2段階では、再び加熱室4内を昇温せしめて350～450℃程度の温度、好ましくは約400℃程度の温度とし、かつ真空度を約1

0^{-1} Torr以下として真空加熱気化洗浄を行なうようにする。なお、上記の洗浄時における温度の上限を 450°C としたのは、 450°C を越えると処理品2の表面に付着する油等の汚れが炭化してしまうことがあるためである。この場合においては、上記の実施例よりさらに処理品2に対する洗浄効果を増大させることができる。

また、上記の実施例では、工程6で窒化処理を施す際に窒化処理開始から終了まで加熱室4内を一定の窒化ガス雰囲気としたが、処理品2の形状が複雑な場合、例えば小片状でかつ微細孔を有するような鋼製品などにおいては、第2図において破線CおよびDに示すように窒化処理中の加熱室4内の窒化ガスを真空引きして排気するとともに、直ぐに新しい窒化ガスを加熱室4内に供給するようにする方法を複数回繰り返して採ることができる。このときの真空引きの間隔は、30~60分程度であることが望ましく、またそのときの真空度は約 200 Torr以下であることが好ましい。さらに真空引きの回数は、処理品2の量、形状などに応じて適

のときの加熱室内の真空度は、約 10^{-1} Torrとした。次いで、窒素ガスとアンモニアガスと酸素ガスとからなる窒化ガスを加熱室内に供給して上記の金型に対して窒化処理を施した。このときの窒化ガスの組成を窒素ガス49容重%、アンモニアガス49容重%、酸素ガス2容重%とした。そして、窒化処理時間を6時間として窒化処理された金型を得た。なお、上記の窒化処理に使用された窒化ガスの供給量は、加熱室の内容積の約3倍量程度であった。

(比較例 1)

別体の變成炉が連設された加熱室の内部に実施例1と同様の低合金鋼製のプラスチック成型用金型を挿入したのち、加熱室内を徐々に加熱しながら、加熱室内の空気を排気するとともに、加熱室内に變成炉で発生せしめたRXガスとアンモニアガスとからなる窒化ガスを供給して加熱室内のガス置換を行ない、窒化処理を行なった。このガス置換には、約3時間を要し、上記の窒化ガスの供給量は、ガス置換中および窒化処理中も含めて加

直決められる。このような方法を採用することによって複雑な形状を有する処理品2に対して窒化ムラのない窒化処理を施すことができる。

以下、実験例を示してこの発明の作用効果を明確にする。

「 実験例 」

(実施例 1)

第1図に示した加熱室内に低合金鋼製のプラスチック成型用金型を挿入したのち、加熱室内を密閉状態とした。次に、上記の加熱室内を真空引きし、かつ徐々に加熱することによって上記の金型に対して真空加熱気化洗浄を行なった。この洗浄に際して洗浄開始から約60分後に加熱室4内の温度を約 350°C 、真空度を約 10^{-1} Torrとなるようにした。次いで、さらに加熱室内の昇温させるとともに、加熱室内に窒素ガスを供給して加熱室内を窒素ガス雰囲気とした。このときの加熱室内の温度は、約 520°C であった。次いで、この加熱室内の温度を維持しつつ、加熱室内を再び真空引きして高温における真空加熱気化洗浄を行なった。こ

加熱室の内容積の約10倍量に達した。また、窒化処理中の加熱室内の温度を約 520°C とし、窒化処理時間を6時間とした。このようにして窒化処理された金型を得た。

上記の実施例1、比較例1でそれぞれ得られた窒化処理された金型について、窒化処理面に窒化の化合物層の厚さおよび拡散層の表層からの深さを測定するとともに、この拡散層の各深さにおけるビッカース硬度を測定し、その結果を第3図のグラフに示した。

第3図から明らかなように、実施例1によって窒化処理された金型の窒化処理面には、表層から約 0.25mm の深さの拡散層が形成され、かつこの拡散層の表層におけるビッカース硬度は、782であった。これに対して比較例1によって窒化処理された金型の窒化処理面には、表層から約 0.2mm の深さの拡散層が形成され、かつこの拡散層の表層におけるビッカース硬度は、730であった。

また、比較例1では、従来行なわれていた方法として加熱室内を窒化ガス雰囲気とする際に加熱

室内に残存する空気を窒化ガスに漸次置換するようにしたので、窒化ガスの消費量が実施例1の場合と比べて格段に多くなって不経済であり、そのうえ加熱室内を窒化ガス雰囲気とするまでの時間が長く、さらに窒化処理中の加熱室内の窒化ガスを窒化処理に通した雰囲気ガスにする制御とその管理が非常に困難であるなどの不都合が生じた。

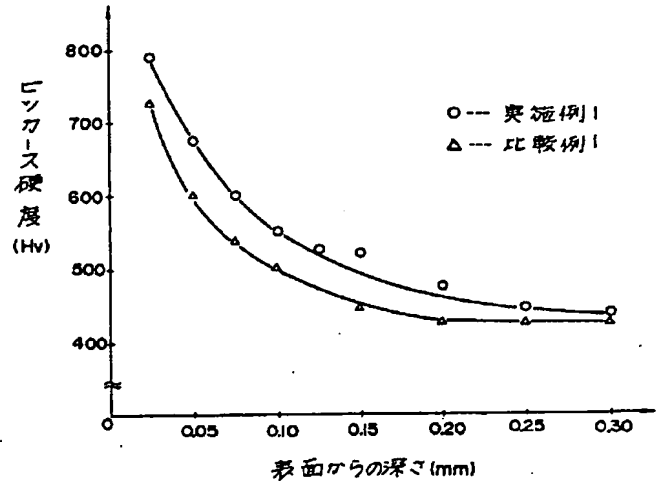
「発明の効果」

以上説明したように、この発明によれば、鋼の表面に対して優れた窒化処理を施すことができる。よって、この方法によって得られた窒化鋼は、処理表面の硬度が向上したものとなるので、耐摩耗性、耐腐蝕性等の表面強度特性を長期間維持できるものとなる。

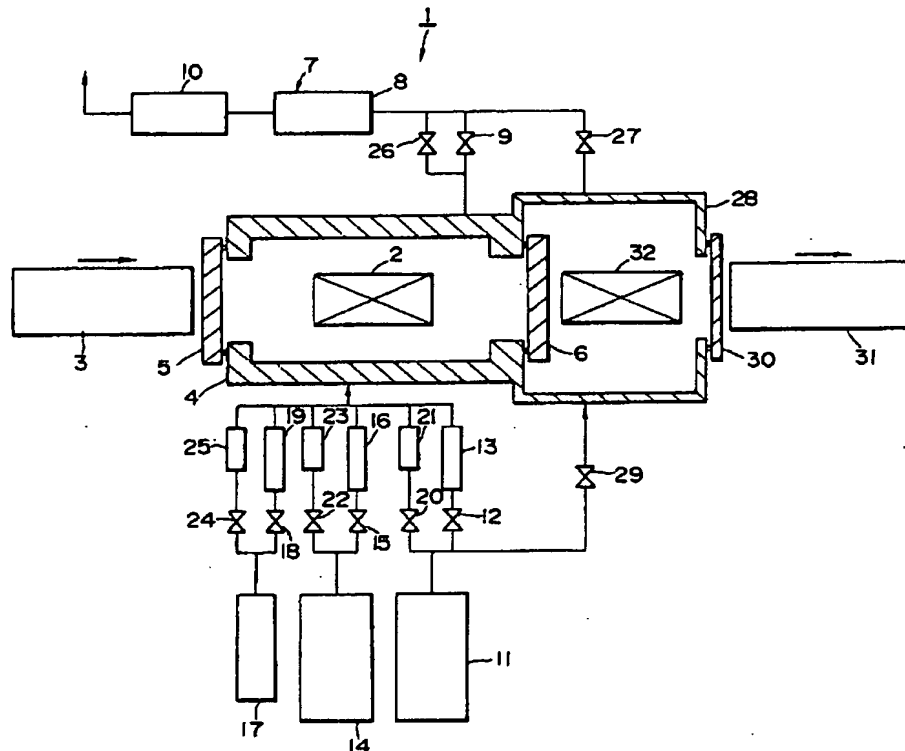
4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明の鋼の窒化方法に好適に用いられる窒化処理装置、第2図は、この発明の鋼の窒化方法の工程図、第3図は、この発明の鋼の窒化方法によって得られた窒化鋼の表面硬度を示すグラフである。

第3図



第1図



第 2 図

